

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-106905

(43)公開日 平成11年(1999)4月20日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 23 C 14/34  
C 22 C 1/00  
1/04  
G 11 B 5/66

識別記号

F I

C 23 C 14/34  
C 22 C 1/00  
1/04  
G 11 B 5/66

A  
Q  
B

審査請求 有 請求項の数9 FD (全7頁)

(21)出願番号 特願平10-120038

(22)出願日 平成10年(1998)4月14日

(31)優先権主張番号 特願平9-227331

(32)優先日 平9(1997)8月8日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000005083

日立金属株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

(72)発明者 上野 友典

島根県安来市安来町2107番地2 日立金属  
株式会社冶金研究所内

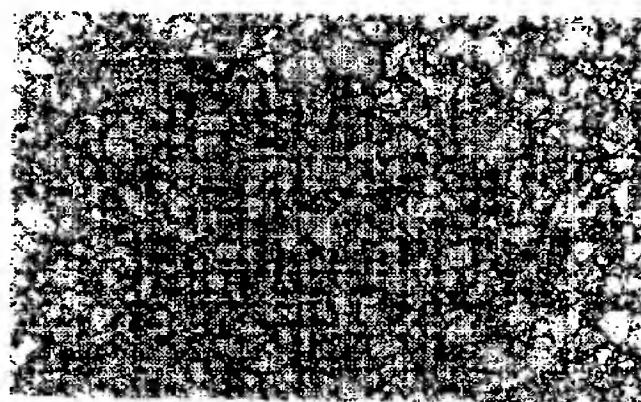
(54)【発明の名称】 Ni-A1系金属間化合物ターゲットおよびその製造方法ならびに磁気記録媒体

(57)【要約】

【課題】 NiとA1とのB<sub>2</sub>構造ターゲットであつて、NiとA1を主体とし、高抗折力の金属間化合物ターゲットおよびその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明は、NiとA1を主成分とし、実質的にB<sub>2</sub>構造を有する金属間化合物焼結体であるターゲットである。本発明のターゲットは、相対密度を99%以上、平均結晶粒径を200μm以下、より好ましくは30μm以下とすることが望ましい。さらに、酸素を300~5000ppm、より好ましくは1000~4000ppmとすることにより、薄膜の結晶粒を微細化する効果が期待される。

図面代用写真



(×100)

0.2 mm

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 NiとAlを主成分とし、実質的にB2構造を有する金属間化合物焼結体でなることを特徴とするNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項2】 NiとAlを主成分とし、実質的にB2構造を有する金属間化合物粉末の焼結体でなることを特徴とするNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項3】 相対密度が99%以上、平均結晶粒径が200μm以下であることを特徴とする請求項1または2に記載のNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項4】 平均結晶粒径が30μm以下であることを特徴とする請求項3に記載のNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項5】 抗折力が250MPa以上であることを特徴とする請求項1または2に記載のNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項6】 酸素を300~5000ppm含有することを特徴とする請求項1ないし5のいずれかに記載のNi-Al系金属間化合物ターゲット。

【請求項7】 Ni粉末とAl粉末とを混合し、反応させNi-Al化合物粉末を形成した後、加圧焼結することを特徴とするNi-Al系金属間化合物ターゲットの製造方法。

【請求項8】 請求項1~7のいずれかに記載のターゲットで成膜したNi-Al系薄膜を、Co系磁性膜と非磁性基板の間に形成する下地膜の少なくとも1層とすることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項9】 磁気記録層としてCo系磁性膜、該Co系磁性膜の直下に形成するCr系下地層、該Cr系下地層の直下に形成する実質的にB2構造を有するNi-Al系下地層、およびガラス基板を具備する請求項8に記載の磁気記録媒体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク装置用などの磁気記録媒体の下地層を形成するために用いられるNiとAlを主成分とするB2構造の金属間化合物からなるターゲットおよびその製造方法ならびに磁気記録媒体に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来Co系磁性層は、高密度な磁気記録が可能ないように発展してきた。一般に磁性層をエピタキシャル成長させるために、磁性層の下に下地層が形成される。この下地層に対しては、磁性層を健全なエピタキシャル成長させるために、格子定数、結晶配向性、結晶粒度および膜の均一性の改良が行われている。たとえば、従来の下地層としては、Co系磁性層との格子定数の整合性から、純CrおよびCr合金が主流である。

【0003】最近、Crと同等の格子定数が得られる膜としてIEEE Trans. Magn.、vol. 3

0、3951(1994)、IEEE Trans. Magn.、vol. 31、2728(1995)等に、NiとAlとのB2構造の金属間化合物の膜が提案されている。ここでいうB2構造とは言い換えればCsCl構造の化合物であり(0, 0, 0), (1/2, 1/2, 1/2)の格子位置が存在し、NiとAlの原子比Ni/Al=1のときは、(0, 0, 0)にNi原子、(1/2, 1/2, 1/2)にAl原子が入り、Ni/Al>1のときは、(0, 0, 0)にNi原子、(1/2, 1/2, 1/2)にはNi原子とAl原子が入り、Ni/Al<1のときは、(0, 0, 0)にNi原子と空孔、(1/2, 1/2, 1/2)にAl原子が入る化合物である。その格子定数は、Ni/Al=1のとき、0.2887nmであり、純Crの0.2884nmと極めて近似する。

【0004】上述した文献には、NiとAlとのB2構造の金属間化合物を、Cr下地の代わりに直接磁性膜を形成する下地膜として使用すること、および純Crの下地膜のさらに下地になる膜として使用することが提案されている。特に、純Crのさらに下地となる膜として使用すると、Cr膜の結晶粒をより微細とすることができ、高保磁力の磁気記録媒体が得られることが報告されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明者が上述のNiとAlよりなるB2構造の金属間化合物の下地層を検討したところ、格子定数がCo系磁性層と近いこと、結晶配向性および膜の微細均一性でCo系磁気記録媒体の下地層に適していることを確認した。このNiとAlよりなるB2構造の金属間化合物の下地層を作製する方法としては、上述した文献等に記載されるようにRFスパッタリング法などが使用できる。スパッタリング法においては、膜組成の供給源となるターゲットが必要となる。

【0006】本発明者はNiとAlからなるB2構造の金属間化合物の均一な膜を形成するための化合物ターゲットを作製することを検討した。そして、NiとAlからなるB2構造の金属間化合物からなるターゲットを溶解法で作製したところ抗折力が低く加工中に破断するといった問題が発生した。さらに、Ni-Al金属間化合物の铸造ターゲットは、ある程度微細なチル晶、粗大でかつ冷却方向に依存する柱状晶、そしてある程度微細な等軸晶と形成され、例えば図2に示すように粒径が大きくなってしまうことを確認した。結晶粒のばらつきは、パーティクルの発生の原因になるばかりでなく、成膜した時の薄膜の膜厚がばらつく原因になる。こうなると下地膜としてその上面に形成する薄膜をエピタキシャル成長させにくくなり、結果として磁気記録特性を劣化する原因となる。本発明の目的は、NiとAlとのB2構造ターゲットであって、NiとAlを主体とし、高抗折力の金属間化合物ターゲットおよびその製造方法を提

供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、NiとAlを主体とするB2構造の金属間化合物ターゲットの抗折力はターゲットのミクロ組織に大きく依存することを見いだした。そして、鋳造ターゲットで確認された結晶粒の大きなばらつきを防止しする手段として焼結ターゲットすることが必要であることを見いだした。さらに、この金属間化合物ターゲットとしては、焼結体ターゲットはNiとAlとを予めB2構造の金属間化合物粉末に調整し、これを焼結したターゲットが、高抗折力を確保できることを見いだし、本発明に到達した。

【0008】すなわち本発明は、NiとAlを主成分とし、実質的にB2構造を有する金属間化合物焼結体であるターゲットである。好ましくは、NiとAlを主成分とし、実質的にB2構造を有する金属間化合物粉末の焼結体であるNi-Al系金属間化合物ターゲットである。

【0009】本発明のターゲットは、相対密度を99%以上、平均結晶粒径を200μm以下、より好ましくは30μm以下とすることが望ましい。上述した条件を満たすことにより、従来にない抗折力250MPa以上のターゲットを得ることができる。さらに、本発明においては、酸素を300~5000ppm、より好ましくは1000~4000ppmとすることにより、薄膜の結晶粒を微細化する効果が期待される。さらに、本発明者の検討によれば、酸素量の100ppm以下のターゲットに比べて、高酸素のターゲットを用いて得られた薄膜は、エピタキシャル成長のために必要な(100)面に配向し易いという結果が得られており、媒体としての磁気特性を高めるために酸素量を高めることが好ましい。

【0010】上述した本発明のターゲットは、溶解法で製造したインゴットを粉碎して焼結原料とする方法、あるいはアトマイズ法により焼結原料とする方法も採用できるが、これらの方法は溶解工程においてスカル溶解等によって炉材との反応を避ける必要があり高価なものとなる。そのため、溶解工程を必要としないNi粉末とAl粉末とを混合し、反応焼結させAl-Ni化合物としたものを粉碎して粉末原料とすることが望ましい。この方法は反応焼結において、化合時の自己発熱を利用できるという利点もある。本発明のターゲットは、上述した方法で得られた粉末を焼結することによって得ることができる。

【0011】上述した本発明のターゲットで成膜したNi-Al系薄膜を、Co系磁性膜と非磁性基板の間に形成する下地膜の少なくとも1層とすることにより、パーティクルの発生が少なく、膜厚のばらつきも少ない安定な磁気記録媒体の製造を行うことができる。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明においては、NiとAlを

主体とするB2構造の金属間化合物ターゲットを焼結法で得たことが一つの特徴である。焼結法を適用することにより、溶解法により金属間化合物ターゲットを得る場合で問題となる結晶粒の粗大化による抗折力の低下を抑えることが可能となる。

【0013】本発明において、NiとAlを主体とするB2構造としたのは、B2構造を満足することで、Co系磁性膜あるいはCr系下地膜との格子間隔の整合が可能となる。また、現在は、Co系磁性膜には、Cr, Ta, Pt, Niなどの添加元素、Cr系下地膜にはV, Tiなどの添加元素を導入する場合が多い。こうなるとCo系あるいはCr系の薄膜の格子間隔が広がる場合が多いので、単純なNiAl化合物ではなく、NiAl金属間化合物にも格子間隔を広げる元素を添加することが有効である。

【0014】このような添加元素としては、Mn, Ru, Rh, Pd, Re, Os, IrおよびPtのようにAlとB2構造の金属間化合物を形成し、かつNiとAlのB2構造の金属間化合物より格子定数の大きな元素が挙げられる。また、Ti, Zr, Nb, Hf, TaのようにB2構造の金属間化合物は形成しないが、Alより原子半径が大きく、NiとAlのB2構造の金属間化合物に固溶する元素も挙げられ、このような添加元素の添加量としては、B2構造を破壊しない程度に制限する必要があり、5原子%以下が好ましい。また格子間に侵入して格子を広げる元素としては例えば、Bがある。

【0015】本発明においては、実質的にB2構造というのは、Ni, Al量においては、Ni 42~69 at %、Al 31~58 at %の範囲で得られる。また、上述した添加元素以外でも、酸素に代表されるガス元素も実質的にB2構造を壊さない範囲で添加することができる。特に酸素は、多すぎると結晶構造に悪影響があるが、少量の添加は、生成する薄膜の結晶粒を微細化するという効果がある。実質的には、300~5000ppm、好ましくは1000~4000ppmの含有が望ましい。さらに、希土類元素も実質的にB2構造を壊さない範囲で添加することができる。多すぎると結晶構造に悪影響があるが、少量の添加は、生成する薄膜の結晶粒を微細化するという効果がある。

【0016】本発明において、相対密度が99%以上とすることにより、密度に依存する抗折力の低下を防止することができる。また、平均結晶粒径を200μm以下と微小なものとすることは、結晶粒の持つ方位の違いによるスパッタリング速度の差を低減でき、均一な膜を得ることにおいて有利である。より好ましくは30μm以下とする。また、微細な結晶粒は、微細な歪みを吸収する結晶粒界を多く有することになり、抗折力を向上するという点でも有利であり、250MPa以上の高い抗折力を得ることができる。

【0017】Ni-Al系薄膜は、より微細な磁性層を

形成するために下地となるものであって、あまり、記憶密度の必要のない磁気記録媒体ではなく、より高密度記録が要求される磁気記録媒体への適用が有効である。たとえば、ノート型のパソコンといった小型大容量が求められるハードディスク用途においてこそ、本発明のターゲットを適用することが有効である。具体的には、磁気記録層としてC<sub>o</sub>系磁性膜、該C<sub>o</sub>系磁性膜の直下に形成するCr系下地層、該Cr系下地層の直下に形成する実質的にB<sub>2</sub>構造を有するNi-A<sub>1</sub>系下地層、およびガラス基板を用いた構成の磁気記録媒体の、Ni-A<sub>1</sub>系下地層に適用することが望ましい。

【0018】C<sub>o</sub>系磁性層としては、高記録密度化を達成するために、添加元素として、(Cr, Pt, Pd, Ni, Ti, V, Ta, W, B)が合計で15at%以上含む磁性層に適用することが望ましい。C<sub>o</sub>系磁性層の下には、Cr系下地層を配置することが望ましい。Cr系下地層は、C<sub>o</sub>系磁性層をエピタキシャル成長させるのに適する結晶構造を取ることができるとともに、CrがC<sub>o</sub>系磁性層へ拡散し、C<sub>o</sub>系磁性層の粒界を明確に分断して、磁性層の保磁力角形比を高める効果が期待できる。Cr系下地層は、純Crでも良いが磁性層の添加元素の增量に合わせて、Ti, V, Mo等のCrの格子定数を拡げる元素を添加することができる。添加量はC<sub>o</sub>系磁性層との整合性に依存するが、30at%以下で面心立方格子を保つことができる範囲とすることが望ましい。

#### 【0019】

【実施例】表1に示す、試料1～7は所望のat%の組成となるようにNi粉末とA<sub>1</sub>粉末あるいはさらに添加元素Xの粉末を混合した後、反応焼結法によりB<sub>2</sub>構造の金属間化合物とした。ついでボールミルで粉碎し粉末

10

を作製した。粉碎時間を変化させることにより、平均粒子半径が約20μmおよび約100μm、および酸素含有量の異なる粉末を作製した。各々の粉末を1000°C×100MPa×3hの条件で焼結させて、Φ101×4tのターゲットを作製した。

【0020】また、試料8および9は、試料1の原料粉末、成分調整用にNi-60Al(at%)の組成のNi粉末とAl粉末の混合粉末を反応焼結法により金属間化合物としボールミルで粉碎した平均粒子半径約20μmの粉末、アークメルトによる300μmアンダーのNd粉末もしくは還元法による凝集状態で平均粒径8μmのRu粉末を用いた。試料8および9の所望のat%の組成の混合粉末とし、1000°C×100MPa×3hの条件で焼結させて、Φ101×4tのターゲットを作製した。さらに、比較例としてスカル溶解法で溶解し、精密鋳造して50Ni-50Al(at%)のΦ101のターゲットを作製した。

【0021】それぞれのターゲットの抗折力、密度およびインテーセプト法による体積平均径による平均結晶粒径を表1に示す。また、図1に本発明のターゲットの典型的な組織を示す例として試料1のミクロ組織を示す。図2に溶解法により得られた比較例のターゲット組織を示す。なおこの図2に示すように、溶解法では結晶粒が極めて大きく、かつ、ばらつきが大きいものであった。表1および図1を見て明らかのように、本発明によれば、金属間化合物粉末を焼結することによりNi-A<sub>1</sub>およびNi-A<sub>1</sub>-X系において高密度および微結晶粒であって、高抗折力のターゲットが得られたことがわかる。

#### 【0022】

【表1】

20

30

試料 No.	組成	製法	抗折力 (Mpa)	密度 (%)	平均結晶 粒径 ( $\mu\text{m}$ )	酸素 (ppm)	備考
1	50Ni- 50Al	焼結	450	99.3	24	2500	本発明
2	"	"	300	99.2	110	650	"
3	45Ni- 50Al- 5Ru	"	460	99.4	25	2400	"
4	45Ni- 50Al- 5Pt	"	450	99.2	20	2500	"
5	49Ni- 50Al- 1MM	"	400	99.6	18	3100	"
6	50Ni- 48Al- 2Zr	"	430	99.3	24	2800	"
7	50Ni- 49.5Al -0.5B	"	480	99.4	23	2300	"
8	45Ni- 50Al- 5Ru	"	390	99.1	45	2600	"
9	49.5Ni -49.5A 1-1Nd	"	420	99.3	80	3500	"
10	50Ni- 50Al	溶解	100	99.5	1000	100	比較例

【0023】実施例1で得られたターゲットを使用して、Ar圧0.66Pa、DC電力500Wの条件でスライドガラスにスパッタリングを行い、得られた薄膜の(100)/(110)面の相対X線強度比を求めた。結果を表2に示す。また、X線回折結果より、Schererの式を用いて特定した薄膜の結晶粒径を表2に示す。表2のX線強度比によれば、酸素量の高い試料No.1は比較的酸素量の低い試料No.2および比較例の試料No.8に比べて、(100)面の配向性が高くなっている。酸素量を高くするとエピタキシャル成長にとって有効な(100)面配向をさせやすいことがわかる。また、薄膜の結晶粒径は、Ni-Alに希土類元素を加えることにより、更に微細化が達成できていることがわかる。

【0024】

【表2】

*	試料 No.	(100)/(110) 面の相対X線強度比	結晶粒径 (nm)
40	1	1.35	19
	2	1.10	19
	3	1.33	20
	4	1.34	21
	5	1.30	16
	6	1.34	18
	7	1.25	20
	8	1.32	20
	9	1.31	17
	10	0.52	20

【0025】試料1および2のターゲットにより成膜した基板上の $2\mu\text{m}$ 以上の異物の数を測定した。また、比較例のターゲットにより成膜した基板上の $2\mu\text{m}$ 以上の異物の数も測定した。測定した異物の数を表3に示す。

50 ただし、表3の異物の数は、試料1のターゲットにより

成膜した基板上の $2\mu\text{m}$ 以上の異物の数を100として、表している。表3に示すように、本発明のターゲットの中でも結晶粒が微細なターゲットでは、異物数が少なく良好である。

## 【0026】

【表3】

試料No.	$2\mu\text{m}$ 以上の異物の数	備考
1	100	本発明
2	380	本発明
10	4560	比較例

【0027】(実施例3) 実施例1で得られた本発明のターゲットを使用して、2.5インチ媒体用のガラス基板を用い、枚葉式スパッタリング装置により、Ni-A1系層を100nm、Cr-20Mo(at%)下地膜を2.5nm、77Co-15Cr-5Ta-3Pt(at%)40nmを順次スパッタリングを行い磁気記録媒体を得た。実施例1で得られた比較例のターゲットは、使用期間中の異常放電が大きく、磁気記録媒体としての成膜はできなかった。この磁気記録媒体をVSM

\* (振動試料型磁力計)で測定した保磁力 $H_c$ および保磁力角形比 $S^*$ (= $H_{c'}/H_c$ )を表4に示す。表4に示すように本発明のターゲットを用いて得られた磁気記録媒体のうち、酸素の高い本発明のターゲットを使用して得られた試料1、さらに希土類元素を添加した試料5が、一段と高い $H_c$ と高い保磁力角形比を有するとなり、磁気記録媒体として最適であることがわかる。

## 【0028】

【表4】

試料No.	$H_c$ (Oe)	$S^*$
1	2450	0.85
2	2400	0.82
3	2480	0.85
4	2440	0.84
5	2460	0.87
6	2430	0.85
7	2390	0.81
8	2460	0.85
9	2460	0.88

## 【0029】

【発明の効果】本発明により、高抗折力のB2構造のNiとA1を主体とする金属間化合物ターゲットを提供することができるため、ターゲットの取り扱いが容易になるとともに、スパッタリングの熱応力による破損を防止する上で極めて有効な技術となる。

★

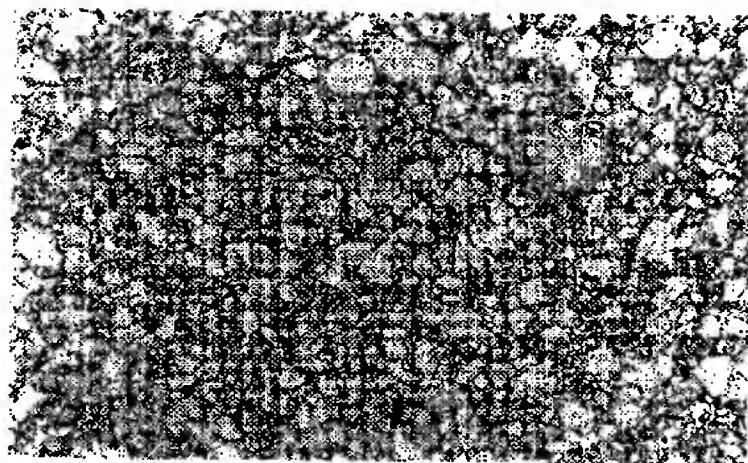
## 30★【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のターゲットの典型的な組織を示す試料1のミクロ組織顕微鏡写真である。

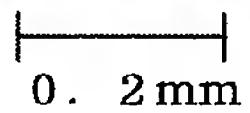
【図2】比較例のターゲットの典型的な組織を示す試料1のミクロ組織顕微鏡写真である。

【図1】

## 図面代用写真

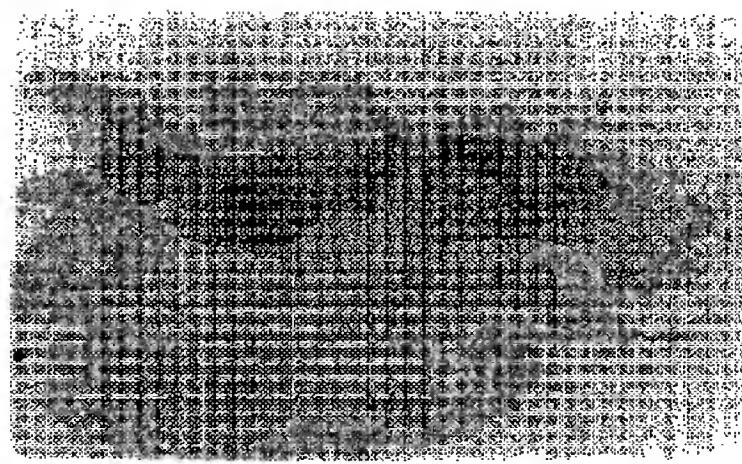


(×100)

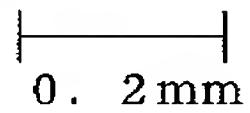
  
0. 2 mm

【図2】

## 図面代用写真



(×100)

  
0. 2 mm

**PAT-NO:** JP411106905A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 11106905 A  
**TITLE:** NICKEL-ALUMINUM  
INTERMETALLIC COMPOUND  
TARGET, ITS PRODUCTION AND  
MAGNETIC RECORDING MEDIUM  
**PUBN-DATE:** April 20, 1999

**INVENTOR-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
UENO, TOMONORI	N/A

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

<b>NAME</b>	<b>COUNTRY</b>
HITACHI METALS LTD	N/A

**APPL-NO:** JP10120038

**APPL-DATE:** April 14, 1998

**PRIORITY-DATA:** 09227331 (August 8, 1997)

**INT-CL (IPC):** C23C014/34 , C22C001/00 ,  
C22C001/04 , G11B005/66

**ABSTRACT:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an intermetallic compd. target which is the B2 structure target of Ni and Al essentially comprising Ni and Al and has high deflective

strength, and to provide its producing method.

SOLUTION: This target consists of an intermetallic compd. sintered body which consists essentially of Ni and Al and substantially has the B2 structure. The target is preferably prepared to have  $\geq 99\%$  relative density and  $\leq 200 \mu\text{m}$  average grain size, and more preferably  $\leq 30 \mu\text{m}$ . Further, by controlling the oxygen content to 300 to 5,000 ppm, more preferably 1,000 to 4,000 ppm, an effect to produce finer grains in the thin film is expected.

COPYRIGHT: (C) 1999, JPO